

Japanese Unexamined Patent Publication
No. 205337/1982 (Tokukaisho 57-205337)

A. Relevance of the Above-identified Document

The following is a partial English translation of exemplary portions of non-English language information that may be relevant to the issue of patentability of the claims of the present application.

B. Translation of the Relevant Passages of the Document

[CLAIMS]

1. A method for producing high silicate glass having a high ultraviolet transmittance, the method comprising the steps of:

(a) subjecting, to heat treatment, borosilicate glass consisting mainly of SiO_2 , B_2O_3 , and Na_2O , so as to separate a phase of the borosilicate glass into an acid-soluble phase and an acid-insoluble phase;

(b) producing porous glass after the step (a) by eluting the acid-soluble phase with mineral acid; and

sintering the porous glass, wherein

the porous glass is treated with an acid solution containing ethylenediamine tetraacetic acid or a salt thereof, and then is sintered.

2. The method as set forth in claim 1, wherein the acid solution contains at least 0.2 wt% of ethylenediamine tetraacetic acid or the salt thereof.

3. The method as set forth in claim 1, wherein the acid

BEST AVAILABLE COPY

Page 2

Tokukaisho 57-205337

solution has a pH of 1 to 3.

4. The method as set forth in claim 1, wherein the acid solution is a sulfuric acid solution.

...

[DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION]

The inventors of the present invention studied means for removing iron oxide causing ultraviolet absorption. As a result, the inventors found that iron oxide is removed effectively by means of treating the porous glass with the acid solution containing ethylenediamine tetraacetic acid or the salt thereof.

...

[EXAMPLE]

...

Next, each of the porous glass (a) and the porous glass (b) was dried. Thereafter, the porous glass thus dried was heated to 1100°C at a heating rate of 60°C per hour. The porous glass continued to be heated for 2 hours at the same temperature, and then was cooled down to room temperature. As a result, high silicate glass was obtained. From the high silicate glass, a plate sample having a thickness of 2.4 mm was produced. Both sides of the sample were polished such that the sides are parallel to each other. Thereafter, measurement was conducted on a spectral transmission factor of the sample. The result is shown in the following table.

...

As shown in the table, the method (b) of the present invention makes it possible to obtain high silicate glass having a high ultraviolet transmittance. It was confirmed that the same

Page 3**Tokukaisho 57-205337**

result is obtained even when ethylenediamine tetraacetic acid used in the method (b) is replaced by a sodium salt thereof.

⑨ 日本国特許庁 (JP)
 ⑩ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開
 昭57-205337

⑫ Int. Cl.
 C 03 C 3/06
 3/24
 // C 03 C 3/08

識別記号

厅内整理番号
 6674-4G
 6674-4G

⑬ 公開 昭和57年(1982)12月16日
 発明の数 1
 審査請求 未請求

(全 3 頁)

④ 紫外線透過率の高い高ケイ酸ガラスの製造法

⑤ 特 願 昭56-88871
 ⑥ 出 願 昭56(1981)6月11日
 ⑦ 発明者 中川賢司
 所沢市こぶし町8-22
 ⑧ 発明者 宮出英明
 新座市野寺5-3-23
 ⑨ 発明者 内川清
 茅崎市茅崎町祖母石2086-1

⑩ 発明者 金原正文
 山梨県北巨摩郡長坂町長坂上条
 1511の10
 ⑪ 出願人 株式会社保谷硝子
 東京都新宿区中落合2丁目7番
 5号
 ⑫ 出願人 株式会社保谷電子
 山梨県北巨摩郡長坂町中丸3280
 ⑬ 代理人 弁理士 朝倉正幸

明細書

1. 発明の名称 紫外線透過率の高い高ケイ酸ガラスの製造法

2. 特許請求の範囲

1. SiO₂、B₂O₃、K₂Oを主成分とする高ケイ酸ガラスを熱処理することによって、可溶な相と不可溶な相とに分離させ、しかる後これを酸洗で処理することにより、可溶な相を溶出させて多孔質ガラスとし、次いでこの多孔質ガラスを焼成して高ケイ酸ガラスを製造する方法において、エチレンジアミン四酢酸を主なその組を含有する酸性溶液にて、前記の多孔質ガラスを処理し、しかも該との多孔質ガラスを焼成することを特徴とする紫外線透過率の高い高ケイ酸ガラスの製造法。

2. 酸性溶液中のエチレンジアミン四酢酸又はその組の含有量が0.3重量%以上である特許請求の範囲 1. 製造法の方法。

3. 酸性溶液のpHが1~3である特許請求の範

図説 1. 製造法の方法。

4. 紫外線透過率の高い高ケイ酸ガラスである特許請求の範

図説 2. 製造法の方法。

3. 製造の詳細な説明

本発明は紫外線透過率の高い高ケイ酸ガラスの製造法に関する。

SiO₂、B₂O₃、K₂Oを主成分とする高ケイ酸ガラスはこれを熱処理すると、B₂O₃、K₂O及びK₂Oに富む相(不可溶相)と、SiO₂に富む相(可溶相)とに分離する。こうして分離したガラスを酸洗、硝酸、硫酸などの試験で処理すれば、前記の可溶相は溶出してSiO₂に富む多孔質ガラスを得ることができ、この多孔質ガラスを焼成すれば、紫外線透過率の高い高ケイ酸ガラスが得られることはよく知られている。

ところで高ケイ酸ガラスの紫外線透過率は、そのガラスに混在するK₂OかよりB₂O₃の量が依存し、これらの量が少ないと紫外線透過率は向上す

る。一般に高ケイ酸ガラスの原料となるホウケイ酸ガラス中の Na_2O は、高酸ガラスを熱処理して、分離されれば、そのほとんどが酸可溶相に移行するので、熱処理によって除去することができる。しかし、ホウケイ酸ガラスに Fe_2O_3 として 100 ppm 程度の量で含まれる酸化鉄は、その一部しか熱処理によって酸可溶相に移行しないため、酸可溶相を抽出して得られる多孔質ガラスには 1~10 ppm 程度の酸化鉄が残存し、この酸化鉄は熱処理や水洗を経ても除去することができない。しかも酸化鉄は紫外線吸収能が高いので、高ケイ酸ガラスの着色物たる前記の多孔質ガラスに酸化鉄が残存することは、高ケイ酸ガラスの紫外線透過率を損う大きな要因なのである。

本発明者らは紫外線吸収原因となる酸化鉄の除去手段について検討を重ねた結果、エチレンジアミン四酢酸またはその塩を含有する酸性溶液にて多孔質ガラスを処理する手段が、酸化鉄の除去に

れ、酸可溶相が抽出せしめられる。試験としては硫酸、硝酸、塩酸の何れもが使用可能である。酸濃度の濃度は任意に選択できるけれども、よりに低濃度であると酸可溶相の抽出時間がかかり、逆に高濃度であると酸可溶相の抽出した多孔質ガラスに害が生ずるので、結果されるガラスの肉厚に応じて、1~4 濃度の範囲で試験濃度を適宜選択することが好ましい。そしてこの試験濃度は 300~600 g/L の範囲で 10~15 分間程度行なうのが一般的である。

試験処理によって得られる多孔質ガラスは、水洗後では水洗後脱酸されるが、本発明によれば、この多孔質ガラスは酸素に免立つてエチレンジアミン四酢酸またはその塩を含有する酸性溶液で処理され、これによつて多孔質ガラス中に残存する微量の酸化鉄が除去される。ここで使用される処理液は硫酸、硝酸又は塩酸の水溶液に、エチレンジアミン四酢酸またはその塩を溶解させて調製す

特開昭57-205337(2)
有効であることを見い出した。

而して本発明に係る高ケイ酸ガラスの製造法は、 SiO_2 、 B_2O_3 および Na_2O を主成分とするホウケイ酸ガラスを熱処理して酸可溶相と酸不溶相に分離させ、しかも後これを試験で処理して酸可溶相を抽出せることにより多孔質ガラスとし、次いでエチレンジアミン四酢酸またはその塩を含有する酸性溶液にて前記の多孔質ガラスを処理し、次いでこの多孔質ガラスを焼成することからなる。

本発明の方針において、原料ガラスには例えば米国特許第 2,106,916 号に記載されているようホウケイ酸ガラスが使用可能である。このホウケイ酸ガラスは一般に成形物の形で熱処理に付され、 B_2O_3 と Na_2O に富む酸可溶相と SiO_2 に富む酸不溶相に分離せしめられる。この場合の熱処理は 800~850°C 程度の温度で 10~150 時間程度行なわれるのが通常である。熱処理によって分離したホウケイ酸ガラスは、次いで試験で処理す

れるが、この処理液は 0.2 重量 % 以上のエチレンジアミン四酢酸またはその塩(両者を含有する場合は両者合わせて 0.2 重量 % 以上)を含有しなければならない。エチレンジアミン四酢酸またはその塩の量が 0.2 重量 % 強度であると、酸化鉄を完全に除去できしからである。前記処理液の pH は必ず酸性側ではなければならぬ。1~3 の pH であることが好ましい。何故なら、処理液の pH が上記の範囲から外れると、可溶性の鉄イオンの生成が妨害されることが考えられるからである。酸化鉄の除去は一般に 30~60 分の処理条件下に多孔質ガラスを前記の処理液で 1~15 時間程度処理することによりその目的が達成される。

酸化鉄が除去された多孔質ガラスは、次いで好ましくは水洗後、常法通り焼成され、これにより紫外線透過率の高い高ケイ酸ガラスを得ることができる。

実験例

重量で SiO_2 42.7%、 B_2O_3 17.1%、 Na_2O 24.9%、 Al_2O_3 2.0%、 CaO 9.3%（但し、 Al_2O_3 は外側で添加）からなる組成のガラス（これには不純物として 0.05~0.1% 程度の P_2O_5 が含まれる）を研磨して $180mm \times 154mm \times 7mm$ のガラス板を調製し、このガラス板を $100^{\circ}C$ で 120 時間熱処理して分相させた。次にこの分相ガラス板を次の各方法で処理し、多孔質ガラス板を得た。

(a) 上記の分相ガラス板を $900^{\circ}C$ に加熱した 1.5 時間の硫酸溶液中に 100 時間保持して酸可溶相を溶出させ、しかる後このガラス板を $900^{\circ}C$ のイオン交換水で 34 時間洗浄して多孔質ガラス (a) を得た。

(b) 上記の多孔質ガラス (a) を、0.3 重量% のエチレンジアミン四酢酸を含有する硫酸銅性溶液 ($pH=2.8$) にて、温度 $90^{\circ}C$ で 24 時間処理し、次いで 40% のイオン交換水で 10 時間洗浄して

上記から明らかとなり、本実験の(a)の方法によれば、紫外線遮断率の高い高ケイ酸ガラスを得ることができる。即、(a)の方法で使用したエチレンジアミン四酢酸に代えてそのナトリウム塩を使用しても (a) の方法と同様な結果が得られることを確認した。

株式会社 保谷硝子
外1名

代理人 桥本正幸

特許昭57-205337(3)

多孔質ガラス (b) を得た。

次に上記の多孔質ガラス (b) 及び (a) それぞれを乾燥後、各時 $900^{\circ}C$ の加熱温度で $1100^{\circ}C$ まで加熱し、この温度で 3 時間保持してから重錫まで冷却して高ケイ酸ガラスを得た。これらの高ケイ酸ガラスから厚さ $3.4mm$ の板状試料を作成し、その両面を平行に研磨した後、各試料の分光遮断率を測定した。結果を次表に示す。

高ケイ酸ガラスの分光遮断率

光の波長 (nm)	遮断率 (%)	
	(a) の方法	(b) の方法
230	1.0	3.0
240	34.0	43.0
260	66.0	74.0
280	80.0	87.0
300	87.0	92.0
320	92.0	94.0

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT OR DRAWING
- BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- GRAY SCALE DOCUMENTS
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.
As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox